

DERWENT-ACC-NO: 1993-285316

DERWENT-WEEK: 199336

COPYRIGHT 2006 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Surface working of **ceramic** sintered mouldings - by heating to increase fracture toughness and honing with a hard abrasive

----- KWIC -----

Basic Abstract Text - ABTX (1):

Method comprises honing a **ceramic** sintered mouldings after heating to its fracture toughness increasing temp. with a hard abrasive grain which is harder than the **ceramic** grain.

Basic Abstract Text - ABTX (2):

USE/ADVANTAGE - Used for surface working of a **ceramic** sintered mouldings. Surface working can be facilitated by honing or **shot blasting**.

Title - TIX (1):

Surface working of **ceramic** sintered mouldings - by heating to increase fracture toughness and honing with a hard abrasive

Standard Title Terms - TTX (1):

SURFACE WORK **CERAMIC** SINTER MOULD HEAT INCREASE FRACTURE TOUGH HONE HARD ABRASION

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-201783

(43)公開日 平成 5 年(1993) 8 月10日

(51)Int.Cl.<sup>5</sup>

C 0 4 B 41/91

識別記号

庁内整理番号

D 7038-4G

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全 4 頁)

(21)出願番号 特願平4-11996

(22)出願日 平成 4 年(1992) 1 月27日

(71)出願人 000003207

トヨタ自動車株式会社

愛知県豊田市トヨタ町 1 番地

(72)発明者 水野 誠司

愛知県豊田市トヨタ町 1 番地 トヨタ自動

車株式会社内

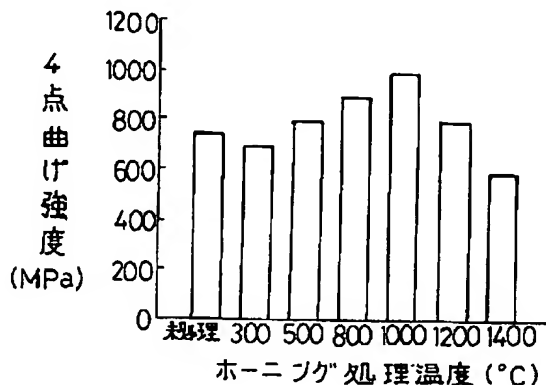
(74)代理人 弁理士 大川 宏

(54)【発明の名称】 セラミック焼結体の表面加工方法

(57)【要約】

【目的】噴射加工法によりセラミック焼結体の表面加工する場合において、加工後の強度の低下が生じないように、さらには加工後の強度を加工前より向上させる。

【構成】セラミック焼結体をセラミック焼結体の破壊靱性が增大する温度に加熱した状態で、セラミック焼結体表面に砥粒を衝突させて研削することを特徴とする。加熱により母相あるいは粒界相の破壊靱性が增大するため、砥粒衝突時の過大エネルギーをセラミック粒子自体、あるいは粒界相が吸収しクラックの発生が防止される。また高温下で噴射加工しているため、万一クラックが発生してもクラックの融着が生じる。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 セラミック焼結体を該セラミック焼結体の破壊靱性が増大する温度に加熱した状態で、該セラミック焼結体表面に該セラミック焼結体を構成するセラミック粒子と同等以上の硬度をもつ砥粒を衝突させ、該セラミック焼結体の表面を研削することを特徴とするセラミック焼結体の表面加工方法。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、一般にホーニングと称されるセラミック焼結体の表面加工方法に関する。

【0002】

【従来の技術】例えば窒化珪素などからなるセラミック焼結体は、成形時の湯熱、焼成時の雰囲気・温度による歪み、脱型時の剥離など、製造工程中に発生する種々の原因により表面欠陥を有しているのが通常である。この表面欠陥は、時にはクラックなどの起点となる場合もあり、存在しないことが望ましい。しかし表面欠陥が生じないように焼結体を形成することは現時点では困難であるため、焼結後に機械的に表面欠陥を除去する必要がある。

【0003】そこで、例えば特開昭61-168463号公報などには、焼結体表面を砥石で研削加工する方法が開示されている。しかしこの方法は、単純形状の焼結体には有効であるが、自動車のターボホイールなどの複雑な形状の焼結体を加工することは困難である。このような複雑形状品の表面加工には、例えば特開平2-240270号公報などに開示されているように、砥粒による噴射加工（ホーニング）が有効である。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】砥粒による噴射加工には、液体とともに噴射する液体ホーニング、砥粒のみを噴射するドライホーニング、ショットブラスト法などの方法が知られている。しかしセラミック焼結体は硬脆材料であることから、噴射加工時の衝撃による不具合が懸念され、セラミック焼結体を加工する方法としての噴射加工は一般的ではなかった。

【0005】本発明者はセラミック焼結体の表面欠陥を除去する方法として、この噴射加工を利用することを想起し鋭意研究したところ、表面欠陥の除去には極めて有効である反面、加工前より加工後の方が強度が低下する場合があることを改めて確認した。そしてさらに研究を進めた結果、この不具合の発生は、加工条件、砥粒の粒径、砥粒の衝突速度などに依存し、砥粒の衝突時の運動エネルギーの大きさに大きく依存することが明らかとなった。そして条件を適切に選べば、セラミック焼結体の強度が噴射加工前より向上することを発見したのである。

【0006】本発明はこのような知見に基づいてなされたものであり、噴射加工法によりセラミック焼結体の表

面を加工する場合において、加工後の強度の低下が生じないように、さらには加工後の強度を加工前より向上させることを目的とする。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明のセラミック焼結体の表面加工方法は、セラミック焼結体をセラミック焼結体の破壊靱性が増大する温度に加熱した状態で、セラミック焼結体表面にセラミック焼結体を構成するセラミック粒子と同等以上の硬度をもつ砥粒を衝突させ、セラミック焼結体の表面を研削することを特徴とする。

【0008】破壊靱性とは割れの伸長に対する抵抗を意味し、破壊靱性値（KIC）、硬度、ヤング率などの物理量をその指標として用いることができる。最も簡単に測定できる硬度を用いるのが好ましい。なお、後述するように破壊靱性が増大するにつれて硬度は低下するので、破壊靱性が増大する温度とは硬度が低下する温度を意味する。例えばセラミックス焼結体は、噴射加工時に硬度が室温硬度の95～65%に低下する温度に加熱されるのが好ましい。硬度が室温硬度の95%より高いと破壊靱性が殆ど増大せず、加工後に強度の低下が生じる場合がある。また室温硬度の65%より低くなると噴射加工時の強度が低下し、砥粒の食い込み、変形などの不具合が生じる場合がある。

【0009】なお、砥粒としては例えばSiC、ダイヤモンド、アルミナ、CBN、B<sub>4</sub>Cなどがあり、セラミック焼結体の材質に応じて選択して用いられる。また砥粒を焼結体表面に衝突させるには、ドライホーニング、液体ホーニングのいずれも利用できるが、焼結体の冷却を防ぐためにはドライホーニングの方が好ましい。

【0010】

【作用】本発明のセラミック焼結体の表面加工方法では、セラミックス焼結体はその破壊靱性が増大する温度に加熱された状態で噴射加工される。すなわちその加熱温度では、母相あるいは粒界相の破壊靱性が増大するため、砥粒衝突時の過大エネルギーをセラミック粒子自体、あるいは粒界相が吸収しクラックの発生が防止される。また高温下で噴射加工しているため、万一クラックが発生してもクラックの融着が生じる。

【0011】

【実施例】以下、実施例により具体的に説明する。先ず、Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> : 94重量%、Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : 3重量%、MgAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : 3重量%なる組成のセラミック成形体が、常圧・N<sub>2</sub>中・1750℃で焼結されたセラミック焼結体を用意する。

【0012】このセラミック焼結体の、温度に対する破壊靱性値（KIC）と硬度との関係を図2に示す。このセラミック焼結体は、1000℃まで硬度が徐々に低下し、一方、破壊靱性値は増大する。そして1000℃を超えると硬度は急激に低下し、破壊靱性値は急激に増大する。このセラミック焼結体は窒化珪素からなる母相と

焼結助剤からなるガラス質の粒界相とからなり、高温による硬度の低下は主として粒界相の軟化に起因するものである。

【0013】そこで窒素ガス雰囲気中、室温～1400℃の範囲でセラミック焼結体を加熱し、それぞれの温度の焼結体に炭化珪素砥粒(GC#80)を2kg/cm<sup>2</sup>の圧力で噴射してドライホーニング処理を実施した。噴射加工時間は2分間である。なお、窒化珪素は大気中で1000℃以上に加熱すると酸化が進行するため、窒素ガス中で加熱して処理することとした。もちろん他に

アルゴンガスなどの不活性ガスも使用できる。  
【0014】得られたそれぞれの処理焼結体と、ドライホーニング未処理の焼結体について、JIS R1601に規定された方法により4点曲げ強度試験を実施した。そしてその結果を図1に棒グラフで示す。図1より、500℃未満の温度で処理された処理焼結体は、未処理の焼結体より強度が低下しているが、500℃以上では逆に強度が向上している。また1200℃以上になると、砥粒の焼結体表面への食い込みにより表面性状の悪化が観察され、強度も低下する。

【0015】したがって本実施例の組成・条件であれば、500～1200℃の範囲で加熱してドライホーニング処理を行うことにより、表面欠陥が除去されるとともに強度を向上させることができる。なお、上記実施例では500～1200℃の温度範囲が適当であったが、例えばAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiCのホットプレス材からなる焼結体は粒界相をもたず、図3に示すように900～1200℃の範囲で破壊靱性値が向上し、1200℃以上では低下する。このようにセラミック焼結体の組成などによって温度と破壊靱性との関係が種々異なるので、本発

明の実施に際しては、用いる材料の温度と破壊靱性との関係を充分把握してから行うことが望まれる。

(参考例) 焼結助剤を用いず、窒化珪素のみから形成された成形体が、HIP処理により焼結された焼結体を用意した。この焼結体は、図4に示すように温度が変化しても破壊靱性値はほとんど一定である。これは、焼結体中にガラス相がほとんど存在しないため、高温でも軟化しないからである。

【0016】そのためこの焼結体では、実施例と同様に4点曲げ強度を測定した結果では、図示はしないがドライホーニング処理時の温度を上昇させても強度の向上はほとんど認められなかった。すなわちこのような構成の焼結体には、本発明の適用は困難である。

【0017】

【発明の効果】すなわち本発明のセラミック焼結体の表面加工方法によれば、加工後の強度の低下を容易に防止することができる。したがって砥粒による噴射加工により、強度の低下なくセラミック焼結体の表面欠陥を除去することが可能となったので、複雑な形状の焼結体の表面欠陥の除去を極めて容易に行うことができる。

【図面の簡単な説明】

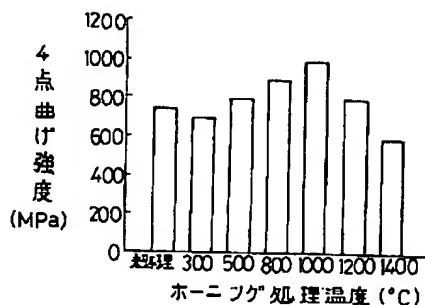
【図1】本発明の一実施例で噴射加工されたセラミック焼結体の、噴射加工時の温度と4点曲げ強度の関係を示す棒グラフである。

【図2】本発明の一実施例で用いられたセラミック焼結体の、温度と破壊靱性値との関係を示すグラフである。

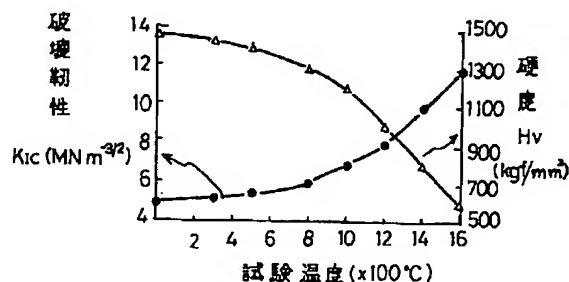
【図3】Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiC系の焼結体の温度と破壊靱性値との関係を示すグラフである。

【図4】焼結助剤無添加の窒化珪素焼結体の温度と破壊靱性値との関係を示すグラフである。

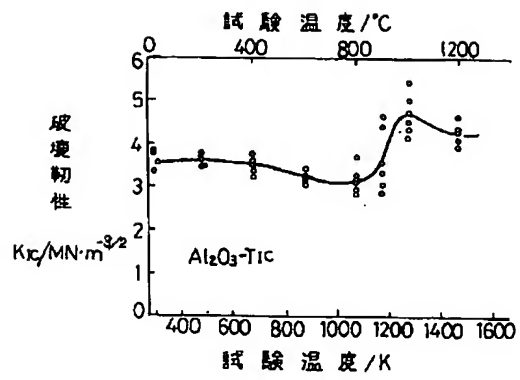
【図1】



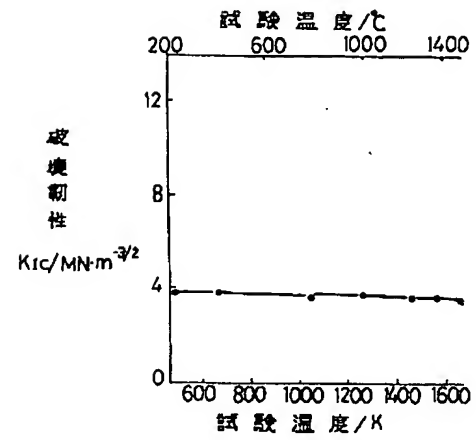
【図2】



【図3】



【図4】



\* NOTICES \*

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

CLAIMS

---

[Claim(s)]

[Claim 1] The surface treatment approach of the ceramic sintered compact characterized by making the abrasive grain which has a degree of hardness more than the ceramic particle which constitutes this ceramic sintered compact, and an EQC in this ceramic sintered compact front face collide, and carrying out grinding of the front face of this ceramic sintered compact where a ceramic sintered compact is heated to the temperature to which the fracture toughness of this ceramic sintered compact increases.

---

[Translation done.]

\* NOTICES \*

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

DETAILED DESCRIPTION

---

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Industrial Application] This invention relates to the surface treatment approach of the ceramic sintered compact generally called honing.

[0002]

[Description of the Prior Art] For example, usually the ceramic sintered compact which consists of silicon nitride etc. has surface discontinuity according to various causes generated in a production process, such as exfoliation at the time of distortion by the seam at the time of shaping, and the ambient atmosphere and temperature at the time of baking, and unmolding. As for this surface discontinuity, it is desirable for origins, such as a crack, to come occasionally and not to exist. However, since it is difficult to form a sintered compact at present so that surface discontinuity may not arise, it is necessary to remove surface discontinuity mechanically after sintering.

[0003] The approach of carrying out the grinding process of the sintered compact front face with a grinding stone is indicated by JP,61-168463,A there. However, although this approach is effective in the sintered compact of a simple configuration, it is difficult an approach to process the sintered compact of a configuration with the complicated turbo wheel of an automobile etc. Blasting (honing) by the abrasive grain is effective in the surface treatment of such a complicated configuration article as indicated by JP,2-240270,A etc.

[0004]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] Approaches, such as liquid honing injected with a liquid, dry honing which injects only an abrasive grain, and the shot-blasting method, are learned by blasting by the abrasive grain. However, since a ceramic sintered compact was a hard and brittle material, blasting as an approach of we being anxious about the nonconformity by the impact at the time of blasting, and processing a ceramic sintered compact was not common.

[0005] When this invention person recollected using this blasting as an approach of removing the surface discontinuity of a ceramic sintered compact and having been inquired wholeheartedly, while it was very effective in clearance of surface discontinuity, the direction after processing checked anew that reinforcement may fall from processing before. And as a result of advancing research further, generating of this nonconformity became clear [ that it is greatly dependent on the magnitude of the kinetic energy at the time of the collision of an abrasive grain ] depending on processing conditions, the particle size of an abrasive grain, the collision rate of an abrasive grain, etc. And when choosing conditions appropriately, it discovered that the reinforcement of a ceramic sintered compact improved from blasting before.

[0006] This invention is made based on such knowledge, and when processing the front face of a ceramic sintered compact by the blasting method, it aims at making it improve from

reinforcement after processing processing-before further so that lowering of the reinforcement after processing may not arise.

[0007]

[Means for Solving the Problem] The surface treatment approach of the ceramic sintered compact of this invention is in the condition which heated the ceramic sintered compact to the temperature to which the fracture toughness of a ceramic sintered compact increases, makes the abrasive grain which has a degree of hardness more than the ceramic particle which constitutes a ceramic sintered compact, and an EQC in a ceramic sintered compact front face collide, and is characterized by carrying out grinding of the front face of a ceramic sintered compact.

[0008] Fracture toughness means the resistance to expanding of a crack, and physical quantity, such as a fracture toughness value (KIC), a degree of hardness, and Young's modulus, can be used as the index. It is desirable to use the degree of hardness which can be measured most easily. In addition, since a degree of hardness falls as fracture toughness increases so that it may mention later, the temperature with which fracture toughness increases means the temperature to which a degree of hardness falls. For example, as for a ceramic sintered compact, it is desirable to be heated by the temperature to which a degree of hardness falls to 95 - 65% of a room temperature degree of hardness at the time of blasting. If a degree of hardness is higher than 95% of a room temperature degree of hardness, fracture toughness may hardly increase, but strong lowering may arise after processing. Moreover, if it becomes lower [ a room temperature degree of hardness ] than 65%, the reinforcement at the time of blasting may fall, and nonconformities, such as interlocking of an abrasive grain and deformation, may arise.

[0009] In addition, as an abrasive grain, there are SiC, a diamond, an alumina, CBN, B<sub>4</sub>C, etc., and it is chosen and used according to the construction material of a ceramic sintered compact. Moreover, in order to make an abrasive grain collide with a sintered compact front face, both dry honing and liquid honing can be used, but the dry honing is more desirable in order to prevent cooling of a sintered compact.

[0010]

[Function] By the surface treatment approach of the ceramic sintered compact of this invention, after having been heated by the temperature to which the fracture toughness increases, blasting of the ceramic sintered compact is carried out. That is, in whenever [ stoving temperature ], since the fracture toughness of a host phase or a grain boundary phase increases, the ceramic particle itself or a grain boundary phase absorbs the excessive energy at the time of an abrasive grain collision, and generating of a crack is prevented. Moreover, since blasting is carried out under the elevated temperature, even if a crack should occur, the welding of a crack arises.

[0011]

[Example] Hereafter, an example explains concretely. First, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> : 94 % of the weight, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : 3 % of the weight, MgAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : The ceramic Plastic solid of the presentation which becomes 3% of the weight is ordinary pressure and N<sub>2</sub>. The ceramic sintered compact sintered at inside and 1750 degrees C is prepared.

[0012] The relation of the fracture toughness value (KIC) and degree of hardness to temperature of this SERAMMIKU sintered compact is shown in drawing 2 . As for this ceramic sintered compact, a degree of hardness falls gradually to 1000 degrees C, and, on the other hand, a fracture toughness value increases. And if it exceeds 1000 degrees C, a degree of hardness will fall rapidly and a fracture toughness value will increase rapidly. This ceramic sintered compact consists of a grain boundary phase of glassiness which consists of a host phase which consists of silicon nitride, and sintering acid, and lowering of the degree of hardness by the elevated temperature originates mainly in softening of a grain boundary



phase.

[0013] Then, a ceramic sintered compact is heated in room temperature -1400 degree C among nitrogen-gas-atmosphere mind, and it is a silicon carbide abrasive grain (GC#80) to the sintered compact of each temperature 2kg/cm<sup>2</sup> It injected by the pressure and the dry honing process was carried out. Blasting time amount is for 2 minutes. In addition, since oxidation would advance if it heats at 1000 degrees C or more in atmospheric air, it was presupposed that silicon nitride is heated and processed in nitrogen gas. Of course, inert gas, such as argon gas, can also be used for others.

[0014] The four-point bending test was carried out by the approach specified to JISR1601 about each obtained processing sintered compact, and dry honing a non-processed sintered compact. And a bar graph shows the result to drawing 1 . Although reinforcement is falling from the unsettled sintered compact, above 500 degrees C, reinforcement of the processing sintered compact processed at the temperature of less than 500 degrees C from drawing 1 is improving conversely. Moreover, if it becomes 1200 degrees C or more, table planar aggravation will be observed with interlocking on the front face of a sintered compact of an abrasive grain, and reinforcement will also fall.

[0015] Therefore, if it is a presentation and conditions of this example, while surface discontinuity is removed, reinforcement can be raised by heating in 500-1200 degrees C, and performing a dry honing process. In addition, the sintered compact which consists of hotpress material of aluminum<sub>2</sub> O<sub>3</sub>-TiC in the above-mentioned example, for example although the 500-1200-degree C temperature requirement was suitable does not have a grain boundary phase, but as shown in drawing 3 , a fracture toughness value improves in 900-1200 degrees C, and it falls above 1200 degrees C. Thus, since the relation between temperature and fracture toughness changes variously with presentations of a ceramic sintered compact etc., to carry out, after grasping enough the relation between the temperature of the ingredient to be used and fracture toughness on the occasion of operation of this invention is desired.

(Example of reference) Not using sintering acid, the Plastic solid formed only from silicon nitride prepared the sintered compact sintered by HIP processing. As this sintered compact is shown in drawing 4 , even if temperature changes, most fracture toughness values are regularity. This is because a glass phase hardly exists in a sintered compact, so it does not soften at an elevated temperature, either.

[0016] Therefore, with this sintered compact, by the result of having measured four-point flexural strength like the example, although the graphic display was not carried out, even if it raised the temperature at the time of a dry honing process, most improvement in reinforcement was not accepted. That is, application of this invention is difficult for the sintered compact of such a configuration.

[0017]

[Effect of the Invention] That is, according to the surface treatment approach of the ceramic sintered compact of this invention, lowering of the reinforcement after processing can be prevented easily. Therefore, since blasting by the abrasive grain enabled it to remove the surface discontinuity of a ceramic sintered compact without strong lowering, surface discontinuity of the sintered compact of a complicated configuration can be removed very easily.

---

[Translation done.]